

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日  
Date of Application: 2002年 8月15日

出 願 番 号  
Application Number: 特願2002-237039

パリ条約による外国への出願  
に用いる優先権の主張の基礎  
となる出願の国コードと出願  
番号

The country code and number  
of your priority application,  
to be used for filing abroad  
under the Paris Convention, is

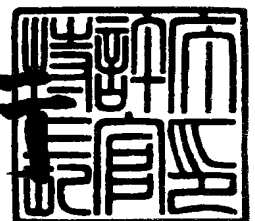
J P 2002-237039

出 願 人  
Applicant(s): ジャパンスーパークォーツ株式会社

2011年 1月17日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

岩井良行



【書類名】 特許願

【整理番号】 MMQ0070

【提出日】 平成14年 8月15日

【あて先】 特許庁長官 及川耕造 殿

【国際特許分類】

C03B 20/00

【発明者】

【住所又は居所】 秋田県秋田市渋島 5丁目 1 4 番 3 号 ジャパンスーパーク  
オート株式会社開発センター内

【氏名】 福井 正徳

【発明者】

【住所又は居所】 秋田県秋田市渋島 5丁目 1 4 番 3 号 ジャパンスーパーク  
オート株式会社秋田事業所内

【氏名】 佐藤 賢

【特許出願人】

【識別番号】 592176044

【住所又は居所】 東京都千代田区丸の内一丁目 5 番 1 号

【氏名又は名称】 ジャパンスーパークオート株式会社

【代理人】

【識別番号】 100088719

【弁理士】

【氏名又は名称】 千葉 博史

【連絡先】 03-5614-8061

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 070265

【納付金額】 21,000

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9723341

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 シリコン単結晶引上げ用石英ガラスルツボの再生方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 ルツボの回転軸周りに互いに等間隔に設置された 4 本以上偶数本の電極を用い、相互に隣接する電極よりも外側の電極に対してはアーク放電を実質的に形成せず、隣接する両側の電極を相互に結ぶリング状のアーク放電を形成してルツボ内表面を溶融することにより、この内表面に存在する異物ないし内表面下の気泡を除去することを特徴とするシリコン単結晶引上げ用石英ガラスルツボの再生方法。

【請求項 2】 ルツボの回転軸周りに互いに等間隔に設置された 6 本の電極を有し、3 相交流電流に対して相対向する電極が同相になり、それ以外の電極に対しては異相になるように各電極が結線された電極構造を用いることによって、隣接する電極よりも外側の電極に対してはアーク放電を実質的に形成せず、隣接する電極間を結ぶリング状のアーク放電を形成させてルツボ内表面を溶融する請求項 1 の再生方法。

【請求項 3】 アーク加熱中の少なくとも一部の時間、ルツボ回転軸周りの円周半径  $r$  がルツボの開口半径  $R$  に対して  $1 \sim 1/4$  である円周上に電極 6 本を等間隔に配置してリング状にアーク加熱する請求項 1 または 2 の再生方法。

【請求項 4】 ルツボ内表面上の異物ないし内表面直下の気泡を機械的に研削除去した後に、上記リング状のアーク放電を形成してルツボ内表面を溶融することにより、ルツボ内表面を平滑化することを特徴とするシリコン単結晶引上げ用石英ガラスルツボの再生方法。

【請求項 5】 ルツボ径が 28～40 インチの石英ガラスルツボを再生する請求項 1～4 の何れかに記載する再生方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、シリコン単結晶引上げ用石英ルツボについて、特に大口径ルツボの再生に適するリング状アーク溶融による石英ガラスルツボの再生方法に関する。

## 【0002】

### 【従来の技術】

溶融シリコンからシリコン単結晶を引上げる際に、溶融シリコンを入れる容器として石英ガラスルツボが用いられる。このルツボは通常石英粉をアーク炎で溶融して製造されるが、溶融中に揮発した酸化珪素 ( $\text{SiO}$ ) 等が途中で酸化し、再びルツボの内側表面に落下し、または気泡の発生等により突起部が形成されたり、さらには不純物の金属粉その他シリカ以外の物質がルツボの内側表面に付着し、混入して異物となる場合が少なくない。以下、このようなルツボ壁体に含まれるガラス状シリカ以外の物質を異物と云う。

石英ガラスルツボの内表面に異物が存在したり、あるいは内表面下に気泡が存在する場合には、内表面を再溶融して異物や気泡を除去する再生処理が行われている。この再生処理の際に、ルツボ内表面を加熱する手段として従来はルツボ製造時に用いられるアーク放電を利用している。

## 【0003】

### 【発明が解決しようとする課題】

このアーク放電を形成する従来の電極構造は電極3本を用い、これに3相交流電流を通じて各々の電極間にアーク (放電) プラズマを形成する3相交流3本電極構造である。ところが、この電極構造は加熱範囲を拡大するために電極相互の距離を広げるとアークが不安定になり、切れてしまう欠点がある。特に大型ルツボはモールドの回転によるルツボ内側の空気流の影響が大きくなり、従来の電極構造ではアークが切れやすい。

## 【0004】

そこで、電極の本数を増やして加熱範囲を広げることが試みられており、6相交流6電極の構造などが提案されている。しかし、6相交流6電極構造では図3に示すように相互に隣接する電極間に形成されるアークの他に、隣接する電極より外側の電極に対してもアークが生じるため、電極で囲まれた中央部の放電熱量が周辺部の熱量よりも過剰に大きくなり、均一な再生処理が難しいなどの問題がある。

## 【0005】

また、壁部を加熱するためにアークを傾けることができるが、従来の電極構造ではアークが不安定になり易く、また装置が複雑になる。なお、酸水素炎やプラズマ炎は局部加熱に適するが、局部加熱であるために再生面が不均一になりやすく、処理時間も長い。また、酸水素炎による加熱は加熱部分のOH基濃度が高くなるので好ましくない。

#### 【0006】

本発明は、従来の石英ガラスルツボ製造装置の電極構造における上記問題を解決し、アークが安定であって加熱範囲が広く、大口径ルツボの製造に適するリング状アークを形成する電極構造に基づいた石英ガラスルツボの再生方法を提供する。

#### 【0007】

##### 【課題を解決する手段】

すなわち、本発明は（１）ルツボの回転軸周りに互いに等間隔に設置された４本以上偶数本の電極を用い、相互に隣接する電極よりも外側の電極に対してはアーク放電を実質的に形成せず、隣接する両側の電極を相互に結ぶリング状のアーク放電を形成してルツボ内表面を溶融することにより、この内表面に存在する異物ないし内表面下の気泡を除去することを特徴とする石英ガラスルツボの再生方法に関する。

#### 【0008】

本発明の再生方法は、隣接する両側の電極を相互に結ぶリング状のアーク放電を形成するが、相互に隣接する電極よりも外側の電極に対してはアーク放電を実質的に形成しないので、電極によって囲まれる中央部が過剰に加熱されることがなく、ルツボ内部を均一に加熱することができる。また、加熱範囲を拡大するには隣接する電極間距離のみをアーク放電可能な範囲内で広げればよいので、大型口径のルツボも均一に加熱することができ、ルツボ内表面全体が均一に再溶融された良質の再生ルツボを得ることができる。

#### 【0009】

本発明の上記再生方法は、（２）ルツボの回転軸周りに互いに等間隔に設置された６本の電極を有し、３相交流電流に対して相対向する電極が同相になり、そ

れ以外の電極に対しては異相になるように各電極が結線された電極構造を用いることによって、隣接する電極よりも外側の電極に対してはアーク放電を実質的に形成せず、隣接する電極間を結ぶリング状のアーク放電を形成させてルツボ内表面を溶融する再生方法、（３）アーク加熱中の少なくとも一部の時間、ルツボ#回転軸周りの円周半径 $r$ がルツボの開口半径 $R$ に対して $1 \sim 1/4$ である円周上に電極６本を等間隔に配置してリング状にアーク加熱する再生方法、（４）ルツボ内表面上の異物ないし内表面直下の気泡を機械的に研削除去した後に、上記リング状のアーク放電を形成してルツボ内表面を溶融することにより、ルツボ内表面を平滑化する再生方法、（５）ルツボ径が $2.8 \sim 4.0$ インチの石英ガラスルツボを再生する方法を含む。

#### 【００１０】

上記３相交流６本電極構造を用いれば、中央部を横切るアークを形成せずにリング状のアークを形成することができるので、中央部の過剰な加熱を招かずに均一な加熱を行うことができる。また、上記電極間距離の範囲であれば、石英ガラスルツボの口径に対して適切な加熱距離が保たれ、ルツボの側壁部とコーナ部および底部の加熱が均一になる。従って、ルツボ径が $2.8 \sim 4.0$ インチの大型石英ガラスルツボについても再溶融面が均一な良質の再生ルツボを得ることができる。また、この再生方法は加熱溶融によって直接にルツボ内表面の異物や気泡を除去するものに限らず、ルツボ内表面の異物や気泡を機械的に研削除去した後に上記リング状のアーク放電を形成してルツボ内表面を溶融することによってルツボ内表面を平滑化することができる。

#### 【００１１】

##### 【発明の実施の形態】

以下、本発明を実施形態に基づいて具体的に説明する。

本発明は、ルツボの回転軸周りに互いに等間隔に設置された４本以上偶数本の電極を用い、相互に隣接する電極よりも外側の電極に対してはアーク放電を実質的に形成せず、隣接する両側の電極を相互に結ぶリング状のアーク放電を形成してルツボ内表面を溶融することにより、この内表面に存在する異物ないし内表面下の気泡を除去することを特徴とする石英ガラスルツボの再生方法であり、具体

的には例えば、ルツボの回転軸周りに等間隔に設置された6本の電極を有し、3相交流電流に対して相対向する電極が同相になり、それ以外の電極に対しては異相になるように各電極が結線された電極構造を用いることによって、上記リング状のアーク放電を形成させてルツボ内表面を溶融する再生方法である。

#### 【0012】

本発明の再生方法において用いる電極構造の一例を図1に示す。図示するように、ルツボを回転しながら内表面をアーク放電によって加熱溶融する際に、ルツボの回転軸周りに互いに等間隔に設置された4本以上偶数本の電極を用いる。具体的には、例えば、回転軸周りに等間隔に設置された6本の電極(E1～E6)が用いられる。この6本電極(E1～E6)は、3相交流電流に対して相対向する電極が同相になり、それ以外の電極に対しては異相になるように各電極が結線された電極構造を有する。図示する例では、3相交流電流に対して電極E1がR相であるとき、相対向する電極E4が同じR相になり、電極E1の両側の電極E2がT相、電極E6がS相、さらにその外側の電極E3がS相、電極E5がT相になるように各電極が結線されている。従って、電極E1と電極E4、電極E2と電極E5、電極E3と電極E6がそれぞれ同相になり、互いに他の電極に対しては異相になる。

#### 【0013】

図示する電極構造では、3相交流電流を通じたとき、電極E1に対してその両側の電極E2と電極E6は異相であるので、この隣接する両側の電極間にアークが形成される。一方、電極E1に対して電極E4は同相であるのでアークは形成されない。また電極E1に対して電極E3と電極E5は異相であるが、電極E2および電極E6に比べて電極間距離が長いので実質的にアークが形成されない。従って、電極によって囲まれた範囲の中央部を横切るアークが形成されず、ルツボ内周面に沿ったリング状のアークを形成することができるので、中央部の過剰な加熱を避けることができる。

#### 【0014】

また、このような電極構造では、電極E1と電極E3、E4、E5との間にはアークを形成しないので、加熱範囲を広げるには電極E1に対して両側の電極E2、E6との距離を広げるだけでよく、しかも、電極E2、E6は電極E1に最も接近した位置



に設けられているので、電極E1との間でアークを切らさずに電極間距離を広げることができる。なお、電極E2～E6についても同様である。因みに、6本電極を用いても、これに6相交流電流を通じると対角線方向にもアークが発生し、中央部の熱量が周辺部よりも大きくなるので、内表面全体を均一に加熱することができない。また、6相交流6本電極装置では、電極相互の距離を広げると対角線方向のアークが不安定になるため、アーク全体が切れてしまう。このため6相交流6本電極装置では3相6本電極装置ほど自由に電極間距離を広げることができない。

#### 【0015】

図2に示すように、電極(E1～E6)が配設される回転軸周りの円周Sの大きさは、円周Sの半径rがルツボの開口半径Rに対して、例えば $1 \sim 1/4$ であるものが好ましい。この範囲の大きさであれば、ルツボの側壁部からコーナー部および底部の加熱が均一になる。一方、電極が配設される円周Sの半径rがルツボの開口半径Rよりも大きいとルツボの内側に電極を挿入できず、ルツボ底部の加熱が不良になる。また、円周半径rが開口半径Rの $1/4$ より小さいとルツボ側壁部分の加熱が不十分になる。

#### 【0016】

本発明の再生方法において用いる3相6本電極構造は、特にモールドの上方からアーク加熱する場合にその効果が顕著である。アーク溶融では炉の排気やルツボ内側の対流などによってルツボの周囲に大きな空気流が生じる。モールドの上方からアーク加熱する場合にこの空気流の影響を大きく受け、3本電極では電極間距離を広げると直ぐにアークが切れる。一方、本発明の3相6本電極構造によればモールドの上方からアーク加熱する場合でも安定したアークが得られる。従って、ルツボ径が28～40インチの大型石英ガラスルツボについても再溶融面が均一な良質の再生ルツボを得ることができる。

#### 【0017】

本発明の再生方法において、アーク放電による加熱温度は、ルツボが変形せずに内表面が再溶融する温度範囲である。なお、必要に応じ、アーク加熱時にルツボ外面に空気を流してエア冷却を行うことができる。このエア冷却によってルツ

ポの変形を一層確実に防止することができる。

#### 【0018】

また、本発明の上記再生方法は加熱溶融によって直接にルツボ内表面の異物や気泡を除去するものに限らず、ルツボ内表面の異物や気泡を機械的に研削除去した後、上記リング状のアーカ放電を形成してルツボ内表面を溶融することによってルツボ内表面を平滑化する態様を含む。因みに、シリカや不純物金属粉などの異物がルツボ内表面に付着している場合、概ねルツボ内表面から0.2mm以内の深さであれば機械的研削を行わずに上記アーカ溶融によって異物を除去することができる。これよりも深い場所の異物は機械的研削を行った後に上記アーカ溶融によってルツボ内表面を平滑化すると良い。

#### 【0019】

##### 【実施例】

以下、本発明の実施例を示す。

##### 〔実施例1〕

図1に示す3相交流6本電極、従来の3相交流3本電極(比較例1)の各電極構造を有する加熱装置を用い、電力量1000KW、通電時間10分の条件下で、ルツボ径32インチの石英ガラスルツボの再生処理を行った。また、再生ルツボを使用してシリコン単結晶の引上げ試験を行った。この結果を表1に示した。なお非再生品を比較例2として示した。

本発明の再生処理を行った実施例では、ルツボの壁部および底部の異物や気泡が完全に除去されており、この再生ルツボを使用したときの単結晶収率は80%の高収率であった。一方、従来の3本電極に3相交流を通じた比較例1では、壁部の汚染箇所が殆ど除去されず、単結晶収率も45%と低い。なお、比較例1の場合、再生処理時の通電量を2倍にするとルツボが変形し、単結晶に引上げに使用することができなかった。

#### 【0020】

【表 1】

	実施例 (3相6本電極)	比較例1 (3相3本電極)	比較例2 非再生品
再生処理前			
壁部輝点数	24	24	24
底部輝点数	17	17	17
再生処理後			
壁部輝点数	0	22	未処理
底部輝点数	0	0	
単結晶収率	80%	45%	30%
評価	◎	×	×
備考	—	2倍の通電量で ルツボが変形	—

(注) 輝点は異物または気泡が存在する汚染箇所

【0021】

【発明の効果】

本発明の再生方法によれば、アークが安定であって加熱範囲が広く、底部の過剰な加熱を生じることがなく、側壁から底部まで均一に加熱することができるので、ルツボ内表面を再溶融して内分の異物や気泡を除去する場合に、大型ルツボについても、内表面全体について均一な再溶融面を形成することができ、良質な再生ルツボを得ることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の再生方法に用いる電極構造の概念図

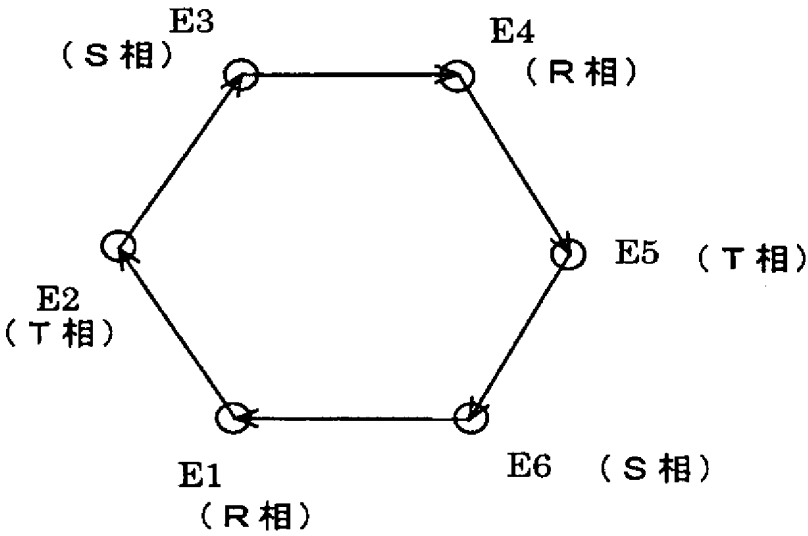
【図2】 電極を配置する円周の大きさとルツボ口径との関係を示す図

【図3】 従来の電極構造を示す概念図

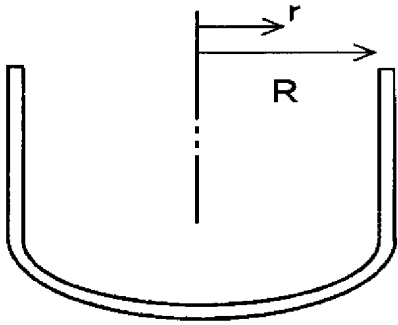
【符号の説明】 E1～E6－電極、r－電極を配置する円周の半径、R－ルツボ開口の半径

【書類名】 図面

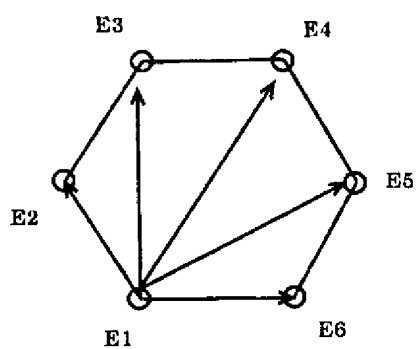
【図 1】



【図 2】



【図 3】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 石英ガラスルツボについて、大型ルツボでも良質な再生ルツボを得ることができるルツボ再生方法を提供する。

【解決手段】 ルツボの回転軸周りに等間隔に設置された4本以上偶数本の電極、例えば6本の電極を用い、相互に隣接する電極よりも外側の電極に対してはアーク放電を実質的に形成せず、隣接する両側の電極を相互に結ぶリング状のアーク放電を形成してルツボ内表面を溶融することにより、この内表面に存在する異物や内表面下の気泡を除去することを特徴とする石英ガラスルツボの再生方法。

【選択図】 図1

出願人履歴

5 9 2 1 7 6 0 4 4

20020522

名称変更

5 9 2 0 2 0 4 6 0

東京都千代田区丸の内1丁目5番1号

ジャパンスーパークォーツ株式会社

5 9 2 1 7 6 0 4 4

20051219

住所変更

5 9 2 0 2 0 4 6 0

秋田県秋田市渋島5丁目14番3号

ジャパンスーパークォーツ株式会社